

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平8-508944

(43) 公表日 平成8年(1996)9月24日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I
B 2 9 C 71/02		8413-4F	B 2 9 C 71/02
55/02		7639-4F	55/02
59/04		9446-4F	59/04
// B 2 9 C 65/02		7639-4F	B 2 9 C 65/02
C 0 8 J 5/18		9267-4F	C 0 8 J 5/18

C

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 27 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-523123
 (86) (22) 出願日 平成6年(1994)2月4日
 (85) 翻訳文提出日 平成7年(1995)10月16日
 (86) 国際出願番号 PCT/US94/01279
 (87) 国際公開番号 WO94/23933
 (87) 国際公開日 平成6年(1994)10月27日
 (31) 優先権主張番号 08/047, 807
 (32) 優先日 1993年4月15日
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), AU, BR, CA, CN, J P, KR, RU

(71) 出願人 ミネソタ マイニング アンド マニュファクチャリング カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427, スリーエム センター (番地なし)

(72) 発明者 ハイド, バトリック ディー.
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427 (番地なし)

(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ヒートシール可能な延伸ウェブ

(57) 【要約】

ヒートシール可能な半結晶質ポリマーの延伸フィルム又は層。該フィルムは、異なるヒートシール温度を有する同一の熱可塑性ポリマーの薄いヒートシール可能な層であって、フィルム全体の熔融を必要とせずにヒートシール可能な層である。このヒートシール可能なフィルムの製造方法も提供する。

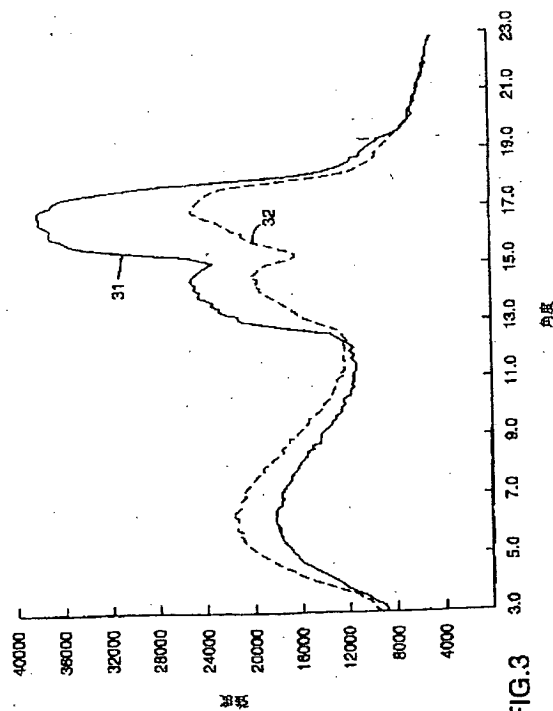


FIG.3

【特許請求の範囲】

1. 繊維、フィルム、又はフィルム層を含む薄いヒートシール可能な熱可塑性ウェブであって、前記ウェブのポリマーは結晶質又は半結晶質構造を有し、且つ同一のポリマーのヒートシール可能な処理された表面層又は層領域を有し、前記処理された表面層又は層領域は約1～15ミクロンの厚さであり、且つ同様の結晶構造を有し、そして処理されていない繊維、フィルム、又はフィルム層のポリマーに比して少なくとも3℃低い軟化点を有する薄いヒートシール可能な熱可塑性ウェブ。

2. 処理された表面層又は領域のポリマーが処理されていないウェブのポリマーに比して少なくとも5℃低い軟化点を有し、そしてウェブのポリマーはポリオレフィン重合体、共重合体又はこれらの混合物を含む、フィルム又はフィルム層を含む請求項1記載の熱可塑性ウェブ。

3. 処理された表面層又は領域のポリマーが処理されていないウェブのポリマーに比して少なくとも5℃低い軟化点を有し、且つ広角X線回折法 (Glancing Wide Angle X-Ray Diffraction) によって測定した場合に処理されていないポリマーに比して少なくとも5%低い結晶化度を有する請求項1記載の熱可塑性ウェブ。

4. 処理された表面層又は領域のポリマーが処理されていないポリマーに比して30～95%低い結晶化度を有し、そしてポリオレフィンがポリプロピレン重合体又は共重合体を含む請求項2記載の熱可塑性ウェブ。

5. 表面層又は領域が、5～100%の前記フィルム又はフィルム層の少なくとも一つの外層を含む請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

6. 表面層又は領域が1%未満の酸素をその外層に有する請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

7. 表面層又は領域が約0.5～12.7 μ m (20～500 μ インチ) のRa値 (テクスチャー深度) を有し、本明細書中に定義したように50バンド幅において少なくとも19.7ピーク/cm (50ピーク/インチ) のピーク計数を示し、3～50%の光沢度を有する請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性

ウェブ。

8. 少なくとも一つの外面に感圧接着剤の層を更に含む請求項1~4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

9. フィルム又はフィルム層が $125\mu\text{m}$ (5ミル)未満の厚さを有する請求項1~4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

10. 結晶質又は半結晶質ポリマーの延伸フィルム又はフィルム層上にヒートシール可能な表面層又は領域を形成するための、以下の工程を含む方法:

(a) 結晶質又は半結晶質ポリマーの延伸フィルム又はフィルム層を供給する工程;

(b) 前記配向ポリマーの融点以上の温度に加熱されたテキスチャー表面に、前記延伸フィルム又はフィルム層の外面の少なくとも一部分を、前記フィルムを 15 ミクロン以下の厚さに処理するのに十分な時間接触させる工程であって、フィルムと前記加熱されたテキスチャーロールとの間に実質的に連続的な接触を確実にするのに十分な圧力のバックグニップにおいて、前記フィルムを加熱されたテキスチャー表面と接触させる工程。

11. 加熱されたテキスチャーロールが少なくとも $0.5\mu\text{m}$ (20μ インチ)のRa値(テキスチャー深度)を有し、且つ剥離性被覆で覆われている請求項10記載の方法。

12. バックグニップが約 80 ショアーAスケール未満のデュ

ロメーター硬度を有する請求項11記載の方法。

13. フィルムが少なくとも $15\text{m}/\text{分}$ (50 フィート/分)の速さで供給されているときに、フィルムが加熱されたロールと約 $1\sim 10\text{mm}$ 接触している請求項11記載の方法。

14. フィルムが加熱されたロールと 20 ミリ秒以下の時間接触する請求項10~13のいずれか一項記載の方法。

15. フィルムが加熱されたロールと 5 ミリ秒以下の時間接触する請求項10~13のいずれか一項記載の方法。

16. フィルムが少なくとも 1 ミクロンの厚さに処理され、前記処理された層

が処理されていないポリマーと同一であるが、より低い結晶状態を有する請求項10～13のいずれか一項記載の方法。

17. 加熱されたロールの温度が、前記工程(a)により供給される処理されていないフィルム又はフィルム層の配向ポリマーの融点に比して少なくとも5℃高い請求項10～13のいずれか一項記載の方法。

18. 加熱されたロールの温度が、前記フィルムのポリマーの融点に比して少なくとも30℃高い請求項10～13のいずれか一項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

ヒートシール可能な延伸ウェブ

発明の属する技術分野及び背景技術

本発明は、薄いヒートシール可能な層を延伸ウェブ上に形成する方法に関する。

延伸フィルム及び延伸繊維、特に半結晶質の熱可塑性ポリマーは広範囲に利用されている。これらの延伸生成物は、高引張強さ及び高弾性率であることを特徴とする。延伸は結晶秩序にも影響を及ぼすために、ウェブを構成する配向ポリマーの融点又は軟化点も影響を受ける。これらの配向ポリマーに付随する問題は、それ自体がヒートシール適性に劣ることである。これまでの延伸ポリマーフィルムは、フィルム全体が融点以上の温度において加熱溶接されることによってヒートシールされる。溶接によるこの種のヒートシールによって、溶接部に著しい収縮及びそりが生じる。さらに溶接は、溶接部の配向を破壊することによって、この臨界域にあるフィルム又はウェブを弱くする。

ヒートシール可能な延伸半結晶質フィルムを製造するための努力は、同時抽出 (coextrusion)、逐次押出 (sequential extrusion) 又は被覆によって、ヒートシール可能なポリマーをフィルム外面上に供給することに概して集中してきた。しかしながら、フィルムの製造適性及び二層間の接着性という点に関してこれらの方法は問題を有する。そのうえ低分子量、低軟化点及び／又はより低い結晶性のポリマーから形成されるヒートシール可能な層は、フィルムのバルクの引張特性を一般に低下させる。米国特許第4,247,591号には、両方の層が実質的に配向するように、より高

い平均分子量を有する薄い外層とバルクのポリマーを同時押出することが提案されている。これらの薄い外層内のフィルムは選択的に加熱される。この結果は、単一層の延伸フィルムの溶接部に比して約30%の接合強度が増大したことが主張されている。この方法に付随する問題には、ヒートシールが主に高分子量の外層に残されるように、注意深く選択的に加熱することが含まれる。また、この方法は、約5ミル(127 μ m)未満の薄いフィルムに対しては適さない。

これらのフィルムの高光沢度及び高磨耗抵抗も延伸フィルムに關係する。一連の特許は工業的包装用途に適するプラスチックストラップ (plastic strapping) を意図してきた。プラスチックストラップは延伸ポリマーフィルムから形成される。前記特許はこれらの延伸フィルムの高光沢度及び高磨耗抵抗を指向している。米国特許第3, 394, 045号及び同4, 428, 720号は、火炎もしくは熱クロムロール (heated chromed roll) によって延伸フィルムを熔融温度 [例えば、ポリプロピレンの場合には約475°F (246°C)] に加熱することを提案している。処理の深度は約1ミル (25.4 μ m) である。次いで、クリンプ接合部 (crimped joints) を形成するために慣用的なスチールストラップのようにストラップを使用することが可能であると考えられている。しかしながら、この方法はヒートシール可能なフィルムを提供するのにあまり適切でない。処理時の高温及び長い滞留時間に依ってストラップの外面に、クリンプ接合によって問題にならないがヒートシール接合のいずれをも汚染する多量の酸化種が生成する。処理温度が高い場合には、比較的厚い熔融ポリマー層がローラー及び付随する装置に接着する傾向が有るために、薄いフィルムの製造をも困難にする。米国特許第4, 090, 008号も、前記特許がダスチング

(dusting) 又は端のフィブリル化を防止するのに不十分であり、そして熱処理によって端部のみをシールするための方法を提案している。米国特許第4, 451, 524号は、同様なフィブリル化問題を扱っており、表面層 (約1ミル (25.4 μ m)) の熔融に続く延伸を提案している。

米国特許第4, 822, 451号には、以下の処理方法：コロナ処理、プラズマ処理、スパッターエッチング、電子ビーム処理、火炎処理、高強度紫外線処理、及びレーザー処理を含む、様々な先行技術によるフィルムの表面処理及びその効果が要約されている。前記特許に記載されている処理方法の目的は、外面上のフィルムポリマーにほとんど若しくは全く化学的変化 (結晶構造を除く) を生じさせないため、又はテクスチャー (texture) の変化を生じさせないために、フィルムの非常に薄い表面層を処理することである。要約されている全ての先行技術による処理方法により処理されたポリマー表面のテクスチャー及び／又は化学

的性質は変化する。高強度、高出力のレーザー（例えば、エキシマーレーザー）を用いて適切な半結晶質ポリマーを処理したときに、準非晶質状態にあり、好ましくは、20～250 nmの厚さを有するポリマーを生成する処理が記載されている。準非晶質状態は、処理した層を再結晶した場合に、短距離規則性が消滅しているが、長距離配向性が有限に残っていることが確認される状態を言う。この処理には、ポリマーの吸収特性に対するレーザー波長の適切な整合が要求され、処理したポリマー表面にテクスチャーを生じないために多くの応用に望まれているが、その応用性は限定されている。

発明の要旨

本発明は、薄い（例えば、約5ミル（127 μ m）未満の）、ヒートシール可能な、延伸した、半結晶質及び熱可塑性のウェブのような成形品又は材料（例えば、フィルム又はフィルム層）、並びにその製造方法を提供する。ウェブ（例えば、フィルム又はフィルム層）のバルクのポリマーと同一のポリマー、及び同様な結晶状態の、薄いヒートシール可能な表面層によってヒートシール適性を与える。処理された表面層は、酸化（分解）した種を含まず、一般に表面のテクスチャー（texture）が増すことを特徴とする。処理されたフィルムは感圧接着（PSA）テープの基材としての使用に特に適する。

図面の簡単な説明

図1は、本発明の処理工程の概略図である。

図2は、例2のフィルムの処理された面及び未処理面の広角X線回折（Glancing Wide Angle X-Ray Diffraction: GWA X）（1.0°）トレースである。

図3は、例2のフィルムの処理された面及び未処理面の広角X線回折（Glancing Wide Angle X-Ray Diffraction: GWA X）（0.5°）トレースである。

発明の詳細な説明

本発明は、薄いヒートシール可能な半結晶質の表面層を、半結晶質の延伸ポリマー成形品又はウェブ（例えば、延伸フィルム又はフィルム層）上に形成するための方法、並びにこの方法によって製造される成形品又はウェブを提供する。成形品又はウェブの外面上に配向ポリマーの薄い層を、延伸ウェブ用の熱ロールの

ような加熱されたテキスチャー表面 (heated textured surface) の使用によって、配向した半結晶質のポリマーの融点以上の温度における加熱及

び加圧下で急速に加熱することを含む。加熱工程は僅か1~15ミクロンの厚さの、配向ポリマー外層の薄い層を処理するのに十分な時間行われる。本発明の処理された表面層又は表面層の部分又は領域は、米国特許第3,394,045号又は同4,495,124号に記載されているような通常の熱処理工程又は米国特許第4,417,948号に記載されているような融蝕工程によって生成するような含酸素分解種を含まないことを特徴とする。電子線分光分析 (ESCA, XPS) による測定 (処理された表面は概して99~100%の炭素であることが評価された) 及び水接触角測定 (water contact angle measurements) によって、本発明の処理された表面層はほとんど酸化種を含まず、先行技術により処理された表面層に比べて水接触角は概して高角度 (88~95° であると評価された) であった (低接触角であることは、高い表面エネルギーに基づいて酸素含有率が高いことを表す)。

本発明の方法は、図1の参照により例示及び説明される。参照番号1は、巻出ロール2及び適切なアイドラーローラー3によって供給される延伸熱可塑性フィルムを表す。加熱されたテキスチャーロール (heated textured roll) 5とバックアップロール4の片方又は両方を駆動することによって、フィルム1はこれらの間に形成されたニップへと送られる。クロムめっき及びサンドブラストが施された鋼ロールのように、熱ニップロール5に表面模様が施されている。高粘着性の熔融ポリマーが加熱されたロール5上に付着するのを防ぐために、ロール5を任意に剥離性表面に仕上げるのが可能である。温水もしくは熱油、電気抵抗加熱もしくは誘導加熱のような慣用的な方法によって、ロール5を加熱することができる。

ロール5の表面温度は、フィルム1の配向ポリマーの熔融温度以上の少なくとも5℃、好ましくは、クロムめっきされたロールでは

少なくとも30℃、及び剥離被覆されたロール (release coated roll) の表面

では概して更に高い温度になるように調節される。フィルム1と熱ロール5のニップ接触表面部は非常に狭く、1~10 mm、好ましくは2~5 mmであるが、フィルム1の速度が接触部に比例して増大するならば、広い接触部を使用することができる。ニップ6を通過するフィルム1の速度は、好ましくは少なくとも15 m/分(50 フィート/分)、より好ましくは少なくとも23 m/分(75 フィート/分)である。フィルムと加熱されたニップ接触部との間の好ましい接触時間は約20 ミリ秒(ms)未満であり、好ましくは約15 ミリ秒未満、5 ミリ秒以上及び未満である。接触時間が約20 ミリ秒を超える時には、処理されたフィルム層は酸化される傾向があり、そしてフィルム又はフィルム層の引張特性は非常に劣化するであろう。これによって適切にヒートシールせず、且つニップ内で破断しうるフィルムが導かれるであろう。上記の好ましい条件はフィルム1を形成するポリマーにある程度依存する。異なる粘弾性、流動学的性質又は熱伝導性を有するポリマーが熱ロール5に幾分さらされる必要がある。上記の好ましい条件は、主にアイソタクチックポリプロピレン及び類似のポリマー、コポリマー並びにこれらの混合物に関する。

処理されたフィルム表面と熱ロール5との間の実質的に連続的な接触を確実にするのに十分なニップ圧力を与えるように、バックアップロール4と熱ロール5は設定される(熱ロール5とフィルム1の間に、小さな又は微視的に非接触の部分が有限に存在することは有害ではなく、熱ロール5からのフィルムの完全な剥離を可能にする)。これを行うのに要する圧力は、慣用的な型押処理に用いられる圧力よりも概して小さい。加熱したポリマーの粘性流れを熱ニップロール5に低圧力で接触させるのに十分に、高温のロール5はフ

ィルム1上のポリマーの表面層の粘度を低下させる。0.2~10 ポンド/線インチ(PLI) (0.09~4.56 kg/線cm)程度の低い圧力で十分なことが見出された。ニップ圧力が10 PLIを越える場合においては、フィルムは歪み、且つ端にクリープ(creeping)を生じる傾向がある。ニップロール6に発熱が生じるのを防止するために、バックアップロール4を冷却することが好ましい。フィルム1の表面と熱テキスチャーロール5との接触をより確実にするために

、変形しうる又は弾性被覆（約80ショアーAスケール未満のジュロメータ―硬度のシリコンゴムのような）でバックインゴロール4を与えることも可能である。

被動ロール7は、好ましくはその片方がシリコンゴムで被覆されているロール7とロール8との間のニップを駆動する。巻返しロール9も被動ロール7によって駆動しうる。

フィルム1は、フィルムに異方的な性質を与えるために、少なくとも一方向に配向した半結晶質ポリマーである。この配向は慣用的であるので、本明細書中に記載しない。

フィルム1中のポリマーの配向及び結晶性は、処理された表面層内で保持されるが、図2及び3のGWAXトレースに表されているように低レベルである。処理された層に保持される配向の程度は、概して低いが、それでもなお存在する。図2及び3のGWAXトレースにおいて、試験したポリマー層に配向が無い場合には一般に等しい強度となる二つの主要ピークの相対強度から、この配向の保持性が存在することは明らかである。GWAX強度及びパターン（0.5°及び1.0°）によって決定したところでは、結晶構造は広範囲（60～96%未満）にわたって保持される。新しい結晶のピークが概して観測されないことは、米国特許第4,822,451号又は同3,394,045号に記載されているように、表面層内で

の結晶構造の変化又は純粋な非晶質ポリマーの生成が起こらないことを表している。0.5°の広角X線回折パターン（GWAX）は、処理されていない面の結晶性の少なくとも5～10%、好ましくは少なくとも50%及び70～95%未満の保持を概して表しているであろう。

処理された表面層のポリマーの結晶サイズは、全体的な結晶性度及び配向度の低下に伴って小さくなる。このことは、フィルム1のバルクな処理されていないポリマーに比して処理された表面ポリマー層の軟化点が下降することから明らかである。処理された表面層ポリマーの軟化点の下降は、フィルム1の処理されていない配向ポリマーの融点若しくは軟化点未満のヒートシール温度5℃において

、処理されるフィルム表面層で処理された複数のフィルムの非常に大きな自己接着強度によって説明付けられる。処理された表面層を有するフィルムは、そのヒートシール温度よりも低い温度において、その軟化点近傍において溶接された処理されていないフィルムで得た結合強度よりも同程度か若しくは大きな値の自己接着強度を示し得る。従って、処理されていないバルクのポリマーの配向及び結晶性に影響を与えずに、且つ溶接を原因として接合部のフィルム強度を低下させずに、処理されたフィルムはヒートシールされる。本発明の処理される表面層において処理されたフィルムの、ポリオレフィン及び共重合体のような他の表面に対する接着は、より低いヒートシール温度においても増強する。

配向ポリマーの融点を過度に上回る温度にフィルムを急速且つ局部的に加熱することによって、処理された表面層の結晶構造は変化するが、通常の熱処理では結晶構造及び関連する特性は失われない。更に、本発明の処理方法は、処理される層がフィルムの厚さの合計の約50%未満、好ましくは20%未満になるように、約20ミク

ロン(μm)、好ましくは15ミクロン未満の厚さを有する表面層に対して、処理の浸透(penetration)に限りがある。これによって、最終的に処理されたフィルム内の配向したバルクのポリマーの特性の損失が制限される。本発明の処理は、ポリマーの分解及び関連する酸化種の、処理されたフィルム上若しくは溶融ポリマーのテキスチャー熱処理ロールへの移動及びフィルムへの逆行を最小化することが見出された。

フィルム1表面と接触する熱ロール5上のテキスチャー面の設備が、特に慣用的なクロムめっき面(chromed surfaces)である場合には、溶融ポリマーのロールへの移動を阻害又は防止することが見出された。テキスチャー深度(Ra)は概して少なくとも約10マイクロインチ($0.3\mu\text{m}$)、好ましくは約20マイクロインチ($0.5\mu\text{m}$)であるが、400マイクロインチ($10.2\mu\text{m}$)未満である。高Ra値又はより深いテキスチャーロールの使用はフィルムの不均質処理の原因となり、一方、低Ra値のロールは、フィルム又はポリマーをロールに粘着させうる。剥離材被覆、及び高温のロールに対する抵抗体の使用は、特定

の高粘着性ポリマーとのポリマーの接着を防止するのに有効でもある。好適な剥離処理剤にはテフロン（登録商標）及び他のフルオロケミカル被覆が含まれる。

熱ロール5上のテクスチャーはフィルム1の表面層に少なくとも間接的に移行するものであって、テクスチャーを増大し、そして60°において30%未満、好ましくは15%未満まで少なくとも部分的に光沢度を減少させる。光沢度は概して3~50%であるが、5~30がより好ましい。テクスチャー処理した表面のRa値は、20~500マイクロインチ（0.5~12.7μm）、好ましくは50~400マイクロインチ（1.3~10.2μm）である。低Ra値であることは重要ではなく、望ましい厚さの有効な連続的

表面層を得ると同時に高Ra値を得ることは困難である。少なくとも50ピーク／インチ（20ピーク／cm）のピーク計数が好ましく、100~400（39~157ピーク／cm）のピーク計数が、テクスチャー表面にとって望ましい（以下に定義のように測定される）。最も高密度のテクスチャー及び光沢を減ずることは、非剥離性被覆（例えば、クロムめっきされた）熱ロール表面で得られるが、熔融ポリマーの熱ロールへの粘着を防止するため及び好ましいテクスチャーを得るために、好適な剥離性被覆は特定のポリマーの使用を必要としてよい。処理された表面層の表面テクスチャーは、特定の接着テープ基材のような高光沢度が望ましくない場合、又は、例えば、フィルム表面が被覆される場合に往々にして要求される。本発明の表面テクスチャーは、一般的に望ましくない外部表面層の化学的修飾をせずに、米国特許第3,394,045号若しくは同4,428,720号の熱処理により得られるもの又は米国特許第4,822,451号の表1に要約されている表面処理方法のような、これらの一般的な用途に対するテクスチャー要求を十分に満たす。本発明の処理に適するポリマーは熱可塑性配向ポリマーであって、ポリオレフィン（例えば、ポリプロピレン又はポリエチレン）、ポリエステル、ポリアミド等のような一般に半結晶質の熱可塑性ポリマーである。ポリマーは、本発明の工程の大きな運転速度において熱ロールにポリマーが粘着又は移動せずに、その融点を越える適切な温度に加熱可能なものであればよい。ポリオレフィン、特にポリプロピレン及びコポリマーは、熱ロールに粘着

せずに本発明の工程に非常に好適である。しかしながら、特定のポリエステルは、熔融時に高粘着性であり熱ロールに粘着する傾向がある。更に、これらのポリエステルの熔融温度が比較的高いために、慣用的な剥離材を分解させずにロール上に使用することは一般に不可能である。

処理される表面層の厚さ（ある場合には10ミクロン未満）のために、所望であれば、フィルム1の配向ポリマーのバルクの特性に何ら重大な影響を与えずに、非常に薄いフィルム又は繊維ウェブ〔例えば、5ミル（100 μ m）未満、1～3ミル（25～75 μ m）以上の厚さ〕を処理するために本方法を用いることができる。例えば、ロール5上で加熱された処理表面のテクスチャーレベルは、表面層の熔融相と加熱されたテクスチャー表面との間に実質的に連続的な接触を処理時に保つように、熱処理された表面の処理温度、暴露時間によって決定される処理層の厚さに適合されるべきである。

図1に関連して説明してきた上記の本発明は、他のウェブ若しくは物品に応用可能であり、また他の手段によっても実施可能である。更に、現在のところ企図される好ましい態様の以下の例によって例示される。

実施例

例 1

本例は、加熱したテフロン（TEFLON）（登録商標）ポリマー被覆ローラーに急速に通過させた、二軸延伸ポリプロピレン（融点170℃）の1～2ミル（25～50 μ m）の厚さのフィルムを記載する。その表面温度が250℃になるようにローラーを加熱した。フィルムの表面の外観はエンボス状であった。

例 2

本例は、加熱したテフロン（TEFLON）（登録商標）（デュポン958-203）ポリマー被覆〔厚さ1.5ミル（38 μ m）、30～50マイクロインチ（0.8～1.3 μ m）Raに研磨〕ローラーに75フィート/分（23m/分）の速さで急速に通過させた、

二軸延伸ポリプロピレン（BOPP）ポリマー（融点170℃）の1ミル（25

4 μm) の厚さのフィルムを記載する。その表面温度が 26.0 $^{\circ}\text{C}$ になるようにローラーを加熱した。ウェブは、約 3 ~ 5 ミリ秒の全接触時間でロール表面の約 2 ~ 4 mm と接触した。フィルム表面の仕上がりは、105 ピーク / インチ (41 ピーク / cm) の 57 マイクロインチ (1.4 μm) Ra であった。

スルトロニック 3 プロフィロメーター [イングランド、レスター所在のテイラー・ホッソン社 (Taylor-Hosson) から入手可能] 、 # 1502 針、長ストローク、50 バンド幅を用いて測定した。

40 ポンド / インチ² (3 kg / cm²) 及び 1 秒に設定したヒートシールプレスを使用してフィルムの自己接着性を試験した。記録された初期接着強度 (t 型剥離、ASTM D1876-72) は、300 $^{\circ}\text{F}$ (149 $^{\circ}\text{C}$) において約 3.4 ポンド / インチ² (0.6 kg / cm²) であった。記録された未処理フィルムの初期自己接着強度は、以下に記載する 180 度剥離試験によると、340 $^{\circ}\text{F}$ (171 $^{\circ}\text{C}$) において約 0.3 ポンド / インチ² (0.05 kg / cm²) であった。

比較例 3

1 ミル (25.4 μm) の厚さの二軸延伸ポリプロピレン (融点 170 $^{\circ}\text{C}$) のフィルムを、そのロール外面の温度が約 25.0 ~ 26.0 $^{\circ}\text{C}$ の、約 280 ~ 290 $^{\circ}\text{C}$ の温度に加熱した横目仕上のプラズマ被覆ロール [プラズマコーティング (Plasma Coating Inc.) 製の # 315、80 ~ 100 マイクロインチ (2 ~ 2.5 μm) の二乗平均 (Root Mean Squared ; RMS) 仕上] に 30 フィート / 分 (9 m / 分) のウェブ速さで通過させることにより処理した。ウェブは、ロールとの合計約 2 ミリ秒の接触時間を与える約 2 ~ 4 mm

のロール表面と接触した。表面仕上を測定した結果、75 ピーク / インチ (30 ピーク / cm) の 435 マイクロインチ (11 μm) Ra であった。表面処理の深度は走査型電子顕微鏡 (SEM) の端面の拡大図から調べた結果、フィルムの厚さ又は約 25 ミクロンに近いことが確認された。このフィルムは、最初のフィルムのバルクな配向をほとんど保持していなかった。

例 4

グリットブラスト仕上のクロムめっきスチールロール [ウルトラプレーティング・インコーポレーション (Ultora Plating, Inc.,) 製、70 マイクロインチ ($1.8 \mu\text{m}$) R_a 、200~300 ピーク/インチ (79~118 ピーク/cm)] を用いて、150 フィート/分 (46 m/分) のウェブ速さ及び約 190~約 200 °C の表面温度で例 2 のフィルムを処理した。ロールの約 2~4 mm が、合計約 12 ミリ秒の接触時間を与えるようにウェブと接触した。このように処理されたウェブは、230 ピーク/インチ (91 ピーク/cm) の 70 マイクロインチ ($1.8 \mu\text{m}$) R_a の表面仕上を有していた。フィルム横断面の表面処理の深度を SEM によって測定した結果約 4~5 ミクロンであった。ガードナー光沢計 (Gardner Gloss meter) を用いて 60° の角度において光沢度を測定した結果、艶消仕上フィルムと見なされるであろう 15 であった。

Physical Review Letters, 66(9), p 1181-1184 (1991) に記載されているように G W A X によって、配向方向に対して同じ軸に沿って両表面を分析することにより、処理された及び処理されていないフィルム表面の結晶性を評価した。処理された層は、処理されていない層表面に比して、1° において 22% 低い結晶化度を有し、0.5° において 58% 低い結晶化度を有していた。両表面についての

G W A X ピーク 110 [13.5° (2θ)] 及び 040 並びに 130 [17° 及び 18.5° (2θ)] が非対称であることも、両表面のポリマーの結晶配向を表している。例 2 のフィルムを同様に評価した結果、1.0° 及び 0.5° において処理表面の結晶化度はそれぞれ 12% 及び 50% 低下していることを示した。

(図 2 及び 3 は、1.0° 及び 0.5° における、処理されていない表面 21 及び 31、そして処理された表面 22 及び 32 の走査トレースをそれぞれ表している。トレースは強度対 2θ である。)

ヒートシール加圧機内において 30 ポンド/インチ² (2 kg/cm^2) 及び 300° F (149 °C) で 1.5 秒間かけて、フィルムのテキスチャー面をインフレート高密度ポリエチレンフィルム [2 ミル ($51 \mu\text{m}$)、圧縮熱可塑性樹脂] にも貼合わせた。両面塗布テープ及び 4.5 ポンド (2.1 kg) のロールダウン (rolldown) を用いて試料を定着し、次いで 250 g/インチ (0.98 kg

／c m) の剥離力を与える12インチ／分(30 c m／分)の剥離速度で180°剥離試験にかけた。上記と同様のインフレーションフィルムに同様に貼合わせた処理されていないフィルムは、10 g／インチ(0.04 k g／c m)の剥離力を示した。

例 5

150フィート／分(46 m／分)のウェブ速さ及び約190～200℃の表面温度のグリットブラスト仕上のクロムめっきスチールロール[ウルトラプレーティング・インコーポレーション(Ultora Plating, Inc.,)製、50マイクロインチ(1.8 μ m) R a、200～300ピーク／インチ(79～118ピーク／c m)]に通過させることによって例2のフィルムを処理した。ロールの約2～4 mmが、合計約12ミリ秒の接触時間を与えるように

ウェブと接触した。処理深度をSEMによって測定した結果約3～7ミクロンであることが確認された。表面荒さを評価した結果、61マイクロインチ(1.6 μ m) R a、260ピーク／インチ(102ピーク／c m)であった。60°の角度において光沢度を測定した結果14であった。これにより艶消仕上フィルムが与えられた。

例 6

200フィート／分(61 m／分)のウェブ速さ及び約190～200℃の表面温度のグリットブラスト仕上のクロムめっきスチールロール[ウルトラプレーティング・インコーポレーション(Ultora Plating, Inc.,)製、35マイクロインチ(0.9 μ m) R a、200～300ピーク／インチ(79～118ピーク／c m)]に通過させることによって例2のフィルムを処理した。ロールの約2～4 mmがウェブと接触していた。処理深度をSEMによって測定した結果約3～6ミクロンであった。表面荒さを評価した結果、54マイクロインチ(1.4 μ m) R a、260ピーク／インチ(102ピーク／c m)であった。60°の角度において光沢度を測定した結果14であった。これにより艶消仕上フィルムが与えられた。熱ロールの低R a値に起因するフィルムのロール表面への粘着のために、このフィルムは均一でなかった。

比較例 7

米国特許第 4, 495, 124 号に教示されているのと同様な方法で例 2 のフィルムを処理した。1 ミル (25.4 μ m) の二軸延伸ポリプロピレンポリマーフィルムを、30 フィート/分 (9 m/分) のウェブ速さ及び約 180℃ のロール表面温度の高度に磨き仕上げしたクロムめっきスチールロール [ウルトラプレーティング・イ

ンコーポレーション (Ultora Plating, Inc.,) 製、8 ~ 10 マイクロインチ (0.2 ~ 0.26 μ m) 仕上げ] に通過させることによって例 2 のフィルムを処理した。フィルムがニップ中の熱ロール表面に粘着したために、材料を処理することができなかった。この滞留時間は上記特許に記載されている最も短い滞留時間と相似している。ヒートシール可能な配向材料を提供するための前記特許中に記載されている方法は、厚い一軸延伸ウェブに対して非常に適するが、薄い二軸又は一軸延伸ウェブを処理するには不適であることが分かっている。

本発明の範囲及び目的から離れることなく本発明の様々な修飾及び変更がありうることは当業者にとって明らかであり、本発明を本明細書中の例示のための記載に限定されるべきではない。

【 図 1 】

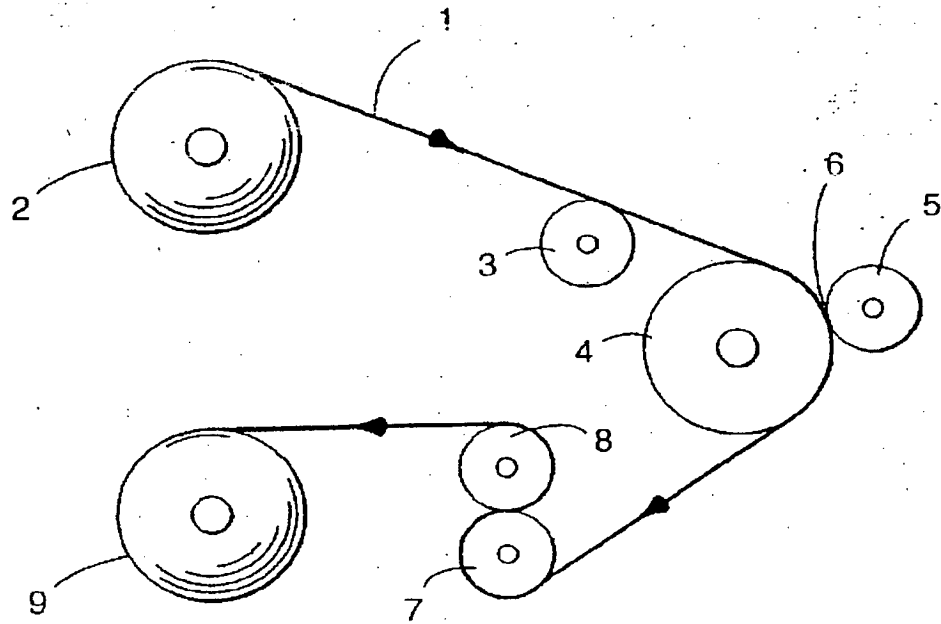


FIG.1

【图2】

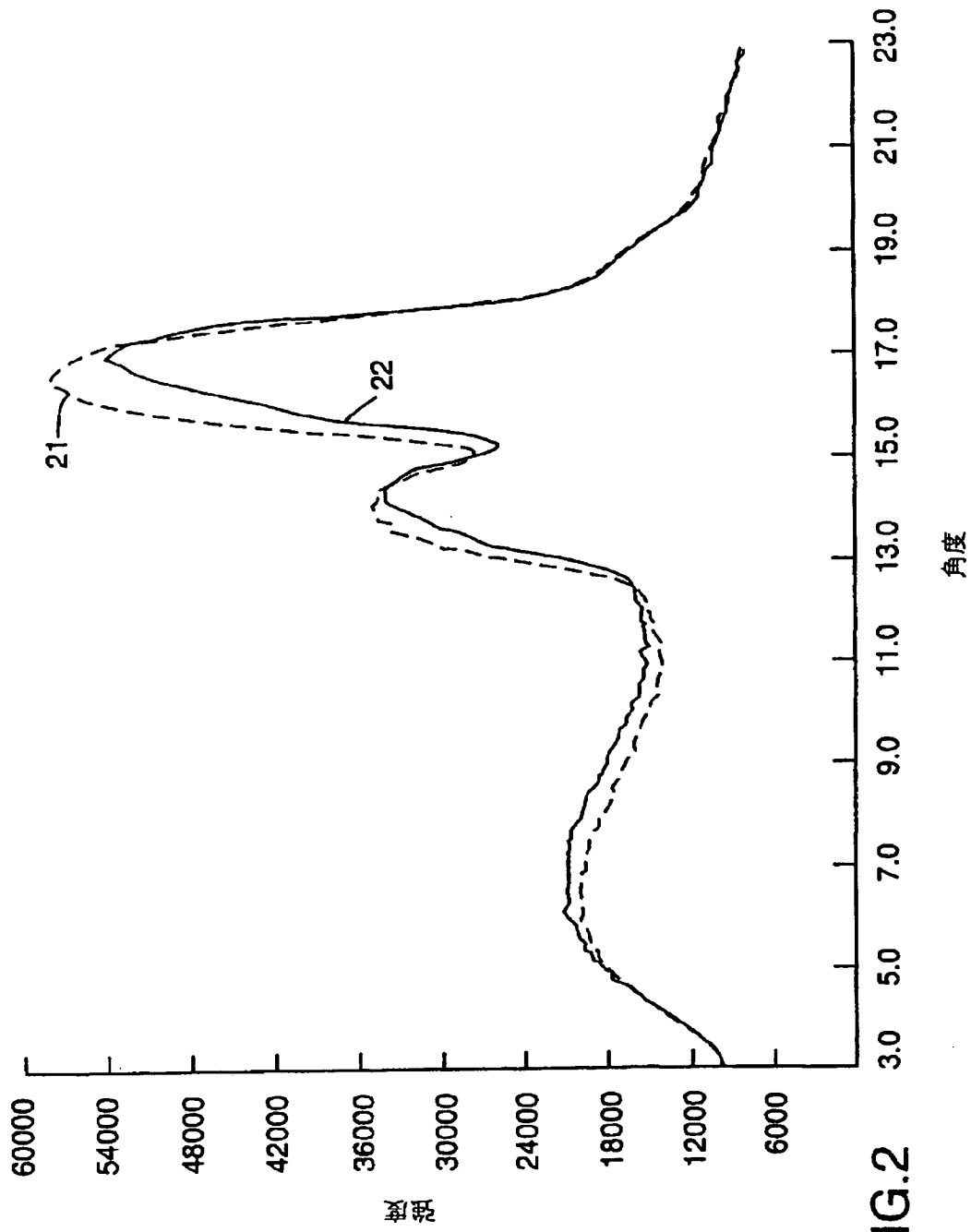


FIG.2

【图3】

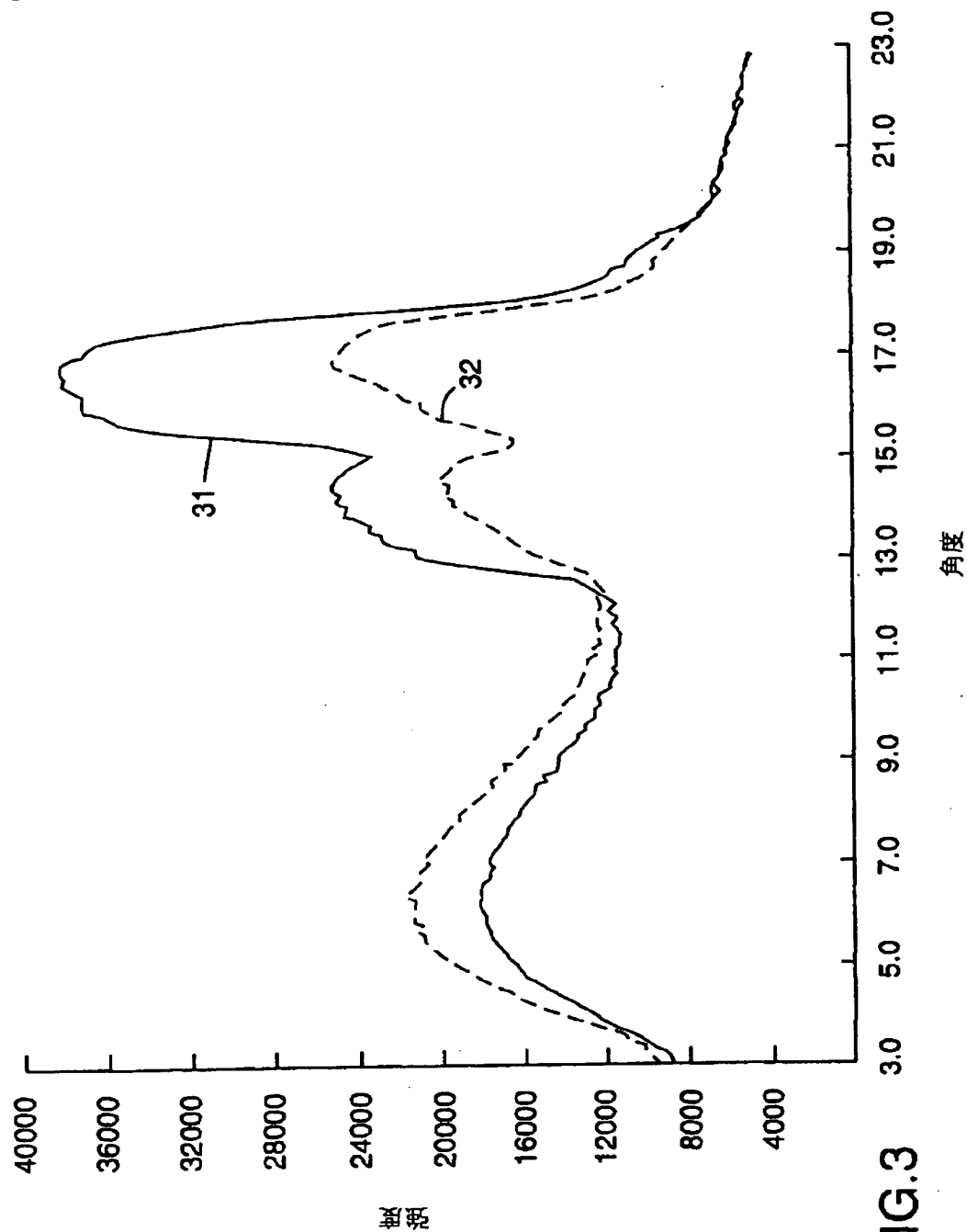


FIG.3

【手続補正書】特許法第184条の8

【提出日】1995年3月3日

【補正内容】

1) 明細書

国際出願明細書第7頁第37行～第8頁第5行（明細書翻訳文第8頁第9行～113行「処理された・・・説明付けられる。」）

処理された表面層ポリマーの軟化点の降下は、フィルム1の処理されていない配向ポリマーの融点若しくは軟化点を下回るヒートシール温度5℃において、処理されるフィルム表面層で処理されたフィルムの非常に大きな自己接着強度によって説明付けられる。

国際出願明細書第10頁第29行～第34行（明細書翻訳文第11頁第1行～第5行「処理される・・・ことができる。」）処理される表面層の厚さ（ある場合には10ミクロン未満）のために、所望であれば、フィルム1の配向ポリマーのバルクの特性に何ら重大な影響を与えずに、非常に薄いフィルム又は繊維ウェブ〔例えば、5ミル（125 μ m）未満、1～3ミル（25～75 μ m）以上の厚さ〕を処理するために本方法を用いることができる。

2) 請求の範囲（請求の範囲翻訳文第17頁～第19頁）

請求の範囲

1. フィルム又はフィルム層を含む薄いヒートシール可能な延伸熱可塑性ウェブであって、前記フィルム又はフィルム層は結晶質又は半結晶質構造を有し、且つ同一のポリマーのヒートシール処理された表面層又は表面領域を有するポリマーからなり、前記処理された表面層又は表面領域は約1～15ミクロンの厚さであり、且つ同様の結晶構造を有し、そしてフィルム又はフィルム層の処理されていないバルクのポリマーに比して少なくとも3℃低い軟化点を有する薄いヒートシール可能な延伸熱可塑性ウェブ。

2. 処理された表面層又は層領域のポリマーが処理されていないウェブのポリマーに比して少なくとも5℃低い軟化点を有し、そしてウェブのポリマーがポリオレフィン重合体、共重合体又はこれらの混合物を含む、フィルム又はフィルム

層を含む請求項1記載の熱可塑性ウェブ。

3. 処理された表面層又は層領域のポリマーが、処理されていないウェブのポリマーに比して少なくとも5℃低い軟化点を有し、且つ広角X線回折法 (Glancing wide Angle X-Ray Diffraction) によって測定した場合に処理されていないポリマーに比して少なくとも5%低い結晶化度を有する請求項1記載の熱可塑性ウェブ。

4. 処理された表面層又は層領域のポリマーが、処理されていないポリマーに比して30～95%低い結晶化度を有し、そしてポリオレフィンがポリプロピレン重合体又は共重合体を含む請求項2記載の熱可塑性ウェブ。

5. 表面層又は層領域が、5～100%の前記フィルム又はフィルム層の少なくとも一つの外層を含む請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

6. 表面層又は領域が1%未満の酸素をその外層に有する請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

7. 表面層又は層領域が約0.5～12.7 μ m (20～500 μ インチ) のRa値 (テクスチャー深度) を有し、50バンド幅 [スルトロニック3プロフィロメーター (Surtronic 3 Profilometer)、#1502針、ロングストローク、50バンド幅を使用して測定] において少なくとも20ピーク/cm (50ピーク/インチ) のピーク計数を示し、3～50%の光沢度を有する請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

8. その少なくとも一つの外面に感圧接着剤の層を更に含む請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

9. フィルム又はフィルム層が125 μ m (5ミル) 未満の厚さを有する請求項1～4のいずれか一項記載の熱可塑性ウェブ。

10. 結晶質又は半結晶質ポリマーの延伸フィルム又はフィルム層上にヒートシール可能な表面層又は領域を形成するための、以下の工程を含む方法：

(a) 結晶質又は半結晶質ポリマーの延伸フィルム又はフィルム層を供給する工程；

(b) 前記配向ポリマーの融点以上の温度に加熱されたテクスチャー表面に、

前記延伸フィルム又はフィルム層の外面の少なくとも一部分を、前記フィルムの層を15ミクロン以下の厚さに処理するのに十分な時間接触させる工程であって、フィルムと前記加熱されたテキスチャーロールとの間の実質的に連続的な接触を確実にするのに十分な圧力のバックグニップにおいて、前記フィルムを加熱されたテキスチャー表面と接触させる工程。

11. 加熱されたテキスチャーロールが少なくとも $0.5\mu\text{m}$ ($20\mu\text{インチ}$) のRa値 (テキスチャー深度) を有し、且つ剥離

性被覆で覆われている請求項10記載の方法。

12. バックグニップが約80ショアーAスケール未満のデュロメーター硬度を有する請求項11記載の方法。

13. フィルムが少なくとも15m/分 (50フィート/分) の速さで供給されているときに、フィルムが加熱されたロールと約1~10mm接触している請求項11記載の方法。

14. フィルムが加熱されたロールと20ミリ秒以下の時間接触する請求項10~13のいずれか一項記載の方法。

15. フィルムが加熱されたロールと5ミリ秒以下の時間接触する請求項10~13のいずれか一項記載の方法。

16. フィルムが少なくとも1ミクロンの厚さに処理され、前記処理された層が処理されていないポリマーと同一であるが、より低い結晶状態を有する請求項10~13のいずれか一項記載の方法

17. 加熱されたロールの温度が、前記工程(a)により供給される未処理フィルム又はフィルム層の配向ポリマーの融点に比して少なくとも5℃高い請求項10~13のいずれか一項記載の方法

18. 加熱されたロールの温度が、前記フィルムのポリマーの融点に比して少なくとも30℃高い請求項10~13のいずれか一項記載の方法。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 5 B29C59/04 B29C71/00 B29C55/00 //B29K23:00, B29L7:00		International Application No. PCT/US 94/01279
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 5 B29C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP, A, 0 038 559 (SIGNODE CORPORATION) 28 October 1981	10, 17, 18
Y	see page 8, line 26 - line 32	1-5, 9
A	cited in the application	
	see page 9, line 29 - page 10, line 5; claim 3	13-15
Y	CH, A, 280 509 (WERNER KREIDL) 1 May 1952	1-5, 9
	see page 2, line 90 - page 3, line 10	
	see page 4, line 53 - line 83	
	see page 4, line 85 - page 5, line 7; claims 1, 5, 7, 8	

	--- --	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 2 August 1994		Date of mailing of the international search report 18.08.94
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 cpo nl, Facs (+ 31-70) 340-3016		Authorized officer Van Nieuwenhuize, O

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/US 94/01279

C (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	GB,A,851 053 (THE KENDALL COMPANY) 12 October 1960 see page 1, line 68 - page 2, line 60 see page 4, line 8 - line 104 see page 6, line 9 - line 16; claims 1,26 ---	1-5,9
A	US,I,927 010 (HAROLD B. WHITFIELD ET AL) 1 October 1974 see abstract ---	7,10-12
A	EP,A,0 308 205 (ETHYL CORPORATION) 22 March 1989 see the whole document -----	7,10-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No.
PCT/US 94/01279

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0038559	28-10-81	AU-B- 543384	18-04-85
		AU-A- 6790381	29-10-81
		CA-A- 1158009	06-12-83
		JP-B- 1013410	06-03-89
		JP-C- 1527227	30-10-89
		JP-A- 56151533	24-11-81
		US-A- 4428720	31-01-84
		US-A- 4495124	22-01-85
CH-A-280509		AT-A- 170900	
		AT-A- 189797	
		AT-A- 194137	
		AT-A- 203729	
		AT-A- 207573	
		AT-A- 212025	
		BE-A- 493292	
		DE-C- 844348	
		FR-A- 1017768	
		GB-A- 704665	
		IT-A- 464517	
		NL-C- 73233	
		NL-B- 151020	
		US-A- 2632921	
		US-A- 2746084	
GB-A-851053		NONE	
US-I-927010		NONE	
EP-A-0308205	22-03-89	DE-A- 3870372	27-05-92
		JP-A- 1110930	27-04-89
		US-A- 5024799	18-06-91
		US-A- 5108814	28-04-92

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	
D 0 6 C 29/00		7633-3B	D 0 6 C 29/00	Z
B 2 9 K 23:00				
B 2 9 L 7:00				

(72) 発明者 オーダーカーク, アンドリュー ジェイ.
アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427,
セント ポール, ポスト オフィス ボッ
クス 33427 (番地なし)